

(11)Publication number:

11-106570

(43) Date of publication of application: 20.04.1999

(51)Int.CI.

CO8L 23/00 B29B 9/14 3/12 C08J CO8J C08K 5/54 C08K 7/02 CO8L 77/00

(21)Application number: 09-266151

30.09.1997

(71)Applicant: UBE IND LTD

(72)Inventor: YAMAMOTO SHINJI

ASANO YUKIHIKO **ODA DENICHI** NAKAYAMA KIMIO

(54) POLYOLEFIN-POLYAMIDE RESIN COMPOSITION AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

(22)Date of filing:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a resin composition which can give moldings being excellent in rigidity, strengths and creep resistance and having low density by mixing a polyolefin with a polyamide and a silane coupling agent in a specified ratio to form a structure in which the polyamide is dispersed in the form of fibers.

SOLUTION: 90-40 pts.wt. polyolefin, 10-60 pts.wt. polyamide and 0.1-5.5 pts.wt., per 100 pts.wt. total of the both resins, silane coupling agent are mixed with each other. It is desirable that the polyamide dispersed in the form of fibers has an average fiber diameter of 1 μ m or below and an aspect ratio of 20-1,000. The polyolefin, the polyamide and the silane coupling agent are melt-kneaded and extruded, and the extrudate is drafted, taken off and stretched or rolled to form pellets in which the polyamide are dispersed in the form of fibers having an average fiber diameter of 1 μ m or below.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

17.01.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-106570

(43)公開日 平成11年(1999) 4月20日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号		FΙ			
C08L 23/00			C08L 2	23/00		
B 2 9 B 9/14			B 2 9 B	9/14		
C 0 8 J 3/12	CES	•		3/12	CESA	
	CFG			•	CFGA	
C08K 5/54	01.0		C08K	5/54	01 011	
0,01		審査請求		質の数3 OL	(全 8 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号	特願平9-266151	-	(71)出願人	000000206	会社	
(22)出願日	平成9年(1997)9月30日				西本町1丁目	12番32号
			(72)発明者			
					五井南海岸8	番の1 宇部興
· .	ř			産株式会社高	分子研究所	
			(72)発明者	浅野 之彦		
•				千葉県市原市	五井南海岸8名	番の1 宇部興
				産株式会社高	分子研究所	
	•		(72)発明者	尾田 傅一		
				千葉県市原市	五井南海岸84	番の1 宇部興
		·		産株式会社高		
						最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物とその製造方法

(57)【要約】

【課題】 ゴムや樹脂が分散し易く取扱が簡単なペレット状の組成物を提供することを目的とする。

【解決手段】(a)ポリオレフィン90~40重量部,

- (b) ポリアミド重量部 10~60重量部及び(a) と
- (b) の合計 1 0 0 重量%に対して(c) シランカップリング剤 0.1~5.5 重量部からなるポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物中にポリアミドが繊維状に分散していることを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物が以下(a),(b),(c)及び(d)からなる;(a)ポリオレフィン $90\sim40$ 重量部,(b)ポリアミド $10\sim60$ 重量部,(c)(a)と(b) 100重量部に対してシランカップリング剤 $0.1\sim5.5$ 重量部及び(d)ポリアミドがポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物中に繊維状に分散した構造からなることを特徴とする。

【請求項2】繊維状に分散したポリアミドの平均繊維径 が 1μ m以下であり、アスペクト比が 2 0 以上、1、00以下であることを特徴とする請求項 1 記載のポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物。

【請求項3】(a)ポリオレフィン,(b)ポリアミド及び(c)シランカップリング剤を溶融・混練して押出し,ドラフトを掛けて引取り延伸又は圧延することにより(a)ポリオレフィン中に(b)ポリアミドを平均繊維径 $1 \mu m$ 以下の繊維状に分散させてペレット状に仕上げることを特徴とする請求項 1 記載のポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、ポリオレフィンと、ポリアミドからなる樹脂組成物であり、ゴムや樹脂の強化材料として好適に使用できる。

[0002]

【従来の技術】ゴムや樹脂などの弾性率や機械的強度を向上させるためには、ガラス繊維や無機充填剤を配合していた。しかし、これらを配合すると剛性、弾性率、強度、耐クリープ性が向上するが、成形品の外観が悪くなったり、成形品が重くなっていた。

【0003】特開平7-238189号公報及び特開平 9-59431号公報にはポリオレフィンとゴム状ポリ マーをマトリックスとして熱可塑性性ポリアミド繊維を 微細な繊維として分散させてた組成物を開示されてい る。これらはゴムと配合すると機械的性質を向上させる ことが可能である。しかし、配合するゴムは限定され混 練中にゲル化する場合もあった。特に髙温でゲル化しや すい傾向であり、強度、伸び、弾性率などは本来の性質 が発現されない場合もあった。一方、ポリアミド極細繊 維の製造法として特開昭63-75108号公報には皮 革用基材構成要素として襞を有する内外層の境界線が特 定の範囲を有する多成分繊維が開示されている。特開昭 54-73921号公報にはポリアミドを混合高速防糸 して得られる混合高速防糸繊維をポリスチレンとポリエ チレングリコールを溶媒除去して太さ0.1デニールの ポリアミド極細繊維が開示されている。特開平3-27 9419号公報,特開平4-27222号公報,特開 平4-281015号公報にはポリプロピレンとポリア ミドの界面での剥離のない軽量複合繊維が開示されてい

る。芯鞘繊維でポリプロピレンの染色性を改善を目的としている。しかし、これらの方法や繊維は口径の小さな防糸ノズルから押し出し、高速防糸したり溶媒処理、その他溶融して太さ0.1~1デニール(d)の極細繊維を得るのが目的であったので生産性が悪く経済的な製法とは言えない。またこれらの繊維は極細繊維の連続繊維であって光沢や風合の良い織物、合成皮革の素材として優れているがゴムや樹脂に充填して混練する場合には連続繊維であるために混練による分散が困難であった。

【0004】高分子化学、29、324、265(1972)及び高分子論文集、47、4、331(1990)には無水マレイン酸変性ポリプロピレンを少量介在させたナイロン/ポリプロピレンブレンド系では両者の相溶性が向上して分散粒子径を極めて小さくして機械的性質(耐衝撃性、引張強度)を向上させている。しかしブレンド比=50/50付近で機械的性質が著しく低下した。

[0005]

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記の問題を解決して剛性、強度、耐クリープ性に優れ密度の小さな成形品を与える組成物を提供することを目的とする。更に極細繊維が経済的に製造できしかも樹脂やゴムに分散性が良く、しかもゴムを配合する時にゲル化しにくいポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物を提供することを目的とする。

[0006]

【発明が解決しようとする手段】本発明によれば、

(a) ポリオレフィン90~40重量部,(b) ポリアミド10~60重量部,(c) (a) と(b) 100重量部に対してシランカップリング剤 0.1~5.5重量部及び(d) ポリアミドが繊維状に分散した構造からなるポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物が提供される。そして,分散したポリアミドが繊維状の平均繊維径が1 μ m以下であり,アスペクト比が20以上,1,00以下であることを特徴とする。更に(a) ポリオレフィン,(b) ポリアミド及び(c) シランカップリング剤を溶融・混練して押し出し,ドラフトを掛けて引取り延伸又は圧延することにより(a) ポリオレフィン中に(b) ポリアミドを平均繊維径1 μ m以下の繊維状に分散させてペレット状に仕上げることを特徴とするポリアミドーポリオレフィン樹脂組成物の製造方法が提供される。

[0007]

【発明の実施の形態】以下、本発明のポリアミドーポリオレフィン樹脂組成物及びその製造方法における構成成分を具体的に説明する。(a) 成分はポリオレフィンであって、 $80\sim250$ ℃の範囲の融点のものが好ましい。又、50℃以上、特に好ましくは $50\sim200$ ℃のビカット軟化点を有するものも用いられる。このような好適な例としては、炭素数 $2\sim80$ オレフィンの単独重

合体や共重合体、及び、炭素数 2~8のオレフィンとスチレンやクロロスチレン、αーメチルスチレンなどの芳香族ビニル化合物との共重合体、炭素数 2~8のオレフィンと酢酸ビニルとの共重合体、炭素数 2~8のオレフィンとアクリル酸あるいはそのエステルとの共重合体、炭素数 2~8のオレフィンとメタアクリル酸あるいはそのエステルとの共重合体、及び炭素数 2~8のオレフィンとビニルシラン化合物との共重合体が好ましく用いられるものとして挙げられる。

【0008】具体例としては、高密度ポリエチレン、低 密度ポリエチレン、線状低密度ポリエチレン、ポリプロ ピレン、エチレン・プロピレンブロック共重合体、エチ レン・プロピレンランダム共重合体、ポリ4-メチルペ ンテン-1、ポリプテン-1、ポリヘキセン-1、エチ レン・酢酸ビニル共重合体、エチレン・ビニルアルコー ル共重合体、エチレン・アクリル酸共重合体、エチレン ・アクリル酸メチル共重合体、エチレン・アクリル酸エ チル共重合体、エチレン・アクリル酸プロピル共重合 体、エチレン・アクリル酸ブチル共重合体、エチレン・ アクリル酸2-エチルヘキシル共重合体, エチレン・ア クリル酸ヒドロキシエチル共重合体, エチレン・ビニル トリメトキシシラン共重合体、エチレン・ビニルトリエ トキシシラン共重合体、エチレン・ビニルシラン共重合 体、エチレン・スチレン共重合体、及びプロピレン・ス チレン共重合体などがある。又、塩素化ポリエチレンや 臭素化ポリエチレン、クロロスルホン化ポリエチレンな どのハロゲン化ポリオレフィンも好ましく用いられる。 【0009】これら(a)成分のポリオレフィンのなか で特に好ましいものとしては、髙密度ポリエチレン(H DPE), 低密度ポリエチレン(LDPE), 線状低密 度ポリエチレン(LLDPE), ポリプロピレン(P P), エチレン・プロピレンブロック共重合体, エチレ ン・プロピレンランダム共重合体、エチレン・酢酸ビニ ル共重合体(EVA),エチレン・アクリル酸エチル共 重合体(EEA),及びエチレン・ビニルアルコール共 重合体が挙げられ、中でもメルトフローインデックス (MFI) が0. 2~50g/10分の範囲のものが最 も好ましいものとして挙げられる。これらは1種のみ用 いてもよく、2種以上を組合わせてもよい。

【0010】(b) 成分は、主鎖中にアミド基を有する熱可塑性ポリアミド(以下,ポリアミド)であり、融点 $135\sim350$ $\mathbb C$ の範囲のものが用いられ,しかも

(a) 成分のポリオレフィンの融点より高いものであり、中でも融点 160~265 の範囲のものが好ましい。かかる(b) 成分としては、押出し及び延伸によって強靱な繊維を与えるポリアミドが好ましいものとして挙げられる。

【0011】ポリアミドの具体例としてはナイロン6, ナイロン66,ナイロン6-ナイロン66共重合体,ナ イロン610,ナイロン612,ナイロン46,ナイロ

ン11, ナイロン12, ナイロンMXD6, キシリレン ジアミンとアジピン酸との重縮合体、キシリレンジアミ ンとピメリン酸との重縮合体、キシリレンジアミンとス ペリン酸との重縮合体、キシリレンジアミンとアゼライ ン酸との重縮合体、キシリレンジアミンとセバシン酸と の重縮合体、テトラメチレンジアミンとテレフタル酸の 重縮合体、ヘキサメチレンジアミンとテレフタル酸の重 縮合体、オクタメチレンジアミンとテレフタル酸の重縮 合体、トリメチルヘキサメチレンジアミンとテレフタル 酸の重縮合体、デカメチレンジアミンとテレフタル酸の 重縮合体、ウンデカメチレンジアミンとテレフタル酸の 重縮合体、ドデカメチレンジアミンとテレフタル酸の重 縮合体、テトラメチレンジアミンとイソフタル酸の重縮 合体、ヘキサメチレンジアミンとイソフタル酸の重縮合 体、オクタメチレンジアミンとイソフタル酸の重縮合 体、トリメチルヘキサメチレンジアミンとイソフタル酸 の重縮合体、デカメチレンジアミンとイソフタル酸の重 縮合体、ウンデカメチレンジアミンとイソフタル酸の重 縮合体、及びドデカメチレンジアミンとイソフタル酸の 重縮合体などが挙げられる。

【0012】これらのポリアミドの内、特に好ましい具体例としては、ナイロン6(PA6)、ナイロン66 (PA66)、ナイロン66 (PA66)、ナイロン12(PA12)、ナイロン6ーナイロン66 共重合体などが挙げられる。これらの1種又は2種以上でもよい。これらのポリアミドは、10、000~200、000の範囲の分子量を有していることが好ましい。

【0013】(c)成分のシランカップリング剤の具体 例としては、ピニルトリメトキシシラン、ピニルトリエ トキシシラン, ビニルトリス (β – メトキシエトキシ) シラン. ピニルトリアセチルシラン, ァーメタクリロキ シプロピルトリメトキシシラン, β-(3, 4-エポキ シシクロヘキシル) エチルトリメトキシシラン, ィーグ リシドキシプロピルトリメトキシシラン, γ - グリシド キシプロピルメチルジメトキシシラン, γ – グリシドキ シプロピルメチルジエトキシシラン, γーグリシドキシ プロピルエチルジメトキシシラン、アーグリシドキシプ ロピルエチルジエトキシシラン, Ν-β-(アミノエチ ル) アミノプロピルトリメトキシシラン、N – β – (ア ミノエチル) アミノプロピルトリエトキシシラン、Nβ-(アミノエチル)アミノプロピルメチルジメトキシ シラン, $N - \beta - (アミノエチル) アミノプロピルエチ$ ルジメトキシシラン, N-β-(アミノエチル) アミノ プロピルエチルジエトキシシラン、ァーアミノプロピル トリエトキシシラン、N-フェニル-ィ-アミノプロピ ルトリメトキシシラン、 γ – (N – (β – メタクリロキ)シエチル)-N, N-ジメチルアンモニウム (クロライ ド) 〕プロピルメトキシシラン及びスチリルジアミノシ ランなどが挙げられる。中でも、アルコキシ基などから 水素原子を奪って脱離し易い基及び又は極性基とビニル

基とを有するものが特に好ましく用いられる。

【0014】(c)成分のシランカップリング剤は、(a)成分と(b)成分100重量部に対し0.1~5.5重量部の範囲が好ましく、特に好ましくは0.2~3.0重量部の範囲である。シランカップリング剤の量が0.1重量部よりも少ないと、強度の高い組成物が得られず、シランカップリング剤の量が5.5重量部よりも多いと弾性率に優れた組成物が得られない。シランカップリング剤の量が0.1重量%より少ないと、(a)成分及び(b)成分との間に強固な結合が形成されず、強度の低い組成物しか得られない。一方、シランカップリング剤の量が5.5重量%より多いと、成分(b)は良好な微細繊維にならないので、やはり弾性率に劣る組成物しか得られない。

【0015】(c)成分のシランカップリング剤を用いる場合は、有機過酸化物を併用することができる。有機過酸化物を併用することができる。有機過酸化物を併用することにより(a)成分の分子鎖にラジカルが形成されシランカップリング剤の反応は促進されるからである。有機過酸化物の使用量は(a)成分100重量部に対して0.01~1.0重量部である。有機過酸化物としては1分間の半減期温度が、(a)成分の融点或いは(c)成分の融点のいずれか高い方と同じ温度ないし、この温度より30℃程高い温度範囲であるものが好ましく用いられる。具体的には1分間の半減期温度が110~200℃程度のものが好ましく用いられる。

【0016】有機過酸化物の具体例としてはジーαーク ミルパーオキサイド、1, 1-ジ-t-ブチルパーオキ シ-3,3,5-トリメチルシクロヘキサン、1,1-ジーtーブチルパーオキシシクロヘキサン、2,2-ジ - t - ブチルパーオキシブタン、n - ブチル 4, 4 - ジ - t - ブチルパーオキシバレリネート、2, 2 - ビス (4.4-ジーt-ブチルパーオキシシクロヘキサン) プロパン、2,2,4-トリメチルペンチルパーオキシ ネオデカネート、α-クミルパーオキシネオデカネー ト、t-プチルパーオキシネオヘキサネート, t-ブチ ルパーオキシピバレート、t-ブチルパーオキシアセー ト、t - ブチルパーオキシラウレート、t - ブチルパー オキシベンゾエート、tーブチルパーオキシイソフタレ ートなどが挙げられる。中でも1分間の半減期温度が溶 融混練温度ないしこの温度より30℃程高い温度の範囲 であるもの、具体的には1分半減期温度が80~260 ℃程度のものが好ましく用いられる。

【0017】(b)成分はその殆どが微細な繊維として上記マトリックス中に均一に分散している。具体的にはその70重量%、好ましくは80重量%、特に好ましくは90重量%以上が微細な繊維として分散している。

(b) 成分の繊維は、平均繊維径が1μm以下で平均繊維長が100μm以下であることが好ましい。アスペク

ト比(繊維長/繊維径の比)は20以上であり1,00 0以下であことが好ましい。そして,(a)成分は

(b) 成分と界面で結合している。 (a) 成分と(b) 成分の割合は(a) 成分は90~40重量部,(b) 成分は10~60重量部,特に好ましくは(a) 成分は15~35重量部,(b) 成分は85~65重量部である。(b) 成分の割合が10重量部より少ないと弾性率或いは強度の向上効果が少なく,(b) 成分の割合が60重量部より多いと成形品の表面光沢が損なわれる。

【0018】次に本発明のポリオレフィンーポリアミド 樹脂組成物の製造方法について説明する。以下の工程か ら製造される。

- (1) (a) 成分のポリオレフィンと(c) 成分のシランカップリング剤とを溶融混練して化学変成する工程,
- (2) (c) 成分で化学変成した(a) 成分に(b) 成分のポリアミドを(b) 成分の融点以上で溶融混練する工程,(3)(c) 成分で化学変成した(a) 成分に
- (b) 成分のポリアミドを(b) 成分の融点以上で溶融 混練・化学変成して押出す工程, (4) 溶融混練・化学 変成した押出物を(a) 成分の融点以上でしかも(b) 成分の融点以下でドラフトをかけつつ延伸又は圧延する 工程, (5) 延伸又は圧延した組成物を室温に冷却して ペレタイズする工程, からなる。

【0019】(1)(a)成分のポリオレフィンと

(c) 成分のシランカップリング剤とを溶融混練(以下同様)して化学変成する工程について説明する。溶融混練温度は(a) 成分の融点以上である。融点より30℃高い温度である。融点より30℃高い温度で溶融混練すると(c) 成分のシランカップリング剤と反応して化学変成される。溶融混練は樹脂やゴムの混練に通常用いられている装置で行うことができる。このような装置としてはバンバリー型ミキサー、ニーダー、ニーダーエキストルーダー、オープンロール、一軸混練機、二軸混練機などが用いられる。これらの装置の中では短時間で且つ連続的に溶融混練が行える点で二軸混練機が最も好ましい

【0020】(2)(c)成分で化学変成した(a)成分に(b)成分の熱可塑性ポリアミドを(b)成分の融点以上で溶融混練する工程について説明する。溶融混練温度は(b)成分の融点以上である。融点より10 $\mathbb C$ 高い温度である。溶融混練温度が(b)成分の融点より低いと混練できないし、繊維状に分散しないので、融点より高い温度、特に好ましくは20 $\mathbb C$ 高い温度で溶融混練する。

【0021】(3)(c)成分で化学変成した(a)成分に(b)成分のポリアミドを(b)成分の融点以上で溶融混練・化学変成して押出す工程について説明する。

押出しする工程において得られた混練物を紡糸口金或いはインフレーションダイ又はTダイから押出す。紡糸、押出しのいずれも成分(b)の融点より高い温度で

実施する必要がある。具体的には、(b)成分の融点より高い温度、この融点より30℃高い温度の範囲で実施することが好ましい。本工程で成分(b)の融点より低い温度で溶融・混練を行っても、混練物は(a)成分からなるマトリックス中に(b)成分の微細な粒子が分散した構造にはならない。従って、かかる混練物を紡糸・延伸しても、(b)成分は微細な繊維にはなり得ない。【0022】(4)溶融混練・化学変成した押出物を(a)成分の融点以上でしかも(b)成分の融点以下で

(a) 成分の融点以上でしかも(b) 成分の融点以下で ドラフトをかけつつ延伸又は圧延する工程について説明 する。押出された紐状乃至糸状紡糸は, 連続的に冷却, 延伸、又は圧延処理して行われる。冷却・延伸又は圧延 処理は、(b)成分の融点より10℃以下の低い温度で 行われる。延伸及び圧延することにより、より強固な繊 維が形成されるので繊維強化樹脂組成物としての特性が より発揮できてより好ましい。延伸又は圧延は、例えば 混練物を紡糸口金から押し出して紐状ないし糸状に紡糸 し、これをドラフトを掛けつつホビンなどに巻き取る。 または、切断してペレットにするなどの方法で実施でき る。ここでドラフトを掛けるとは、紡糸口金速度より巻 取速度を高くとることを言う。巻取速度/紡糸口金速度 の比 (ドラフト比) は、1.5~100の範囲とするこ とが好ましく, 更に好ましくは2~50の範囲, 特に好 ましくは3~30である。

【0023】(5)延伸又は圧延した組成物を室温に冷却してペレタイズする工程について説明する。ペレット化することにより樹脂やゴム成分などを追加して均一に混練できるから、ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物としてはペレット状のものを用いることが好ましい。ペレット状の樹脂組成物を用いれば、樹脂組成物はエラストマーと均一に混練でき、微細な繊維が均一に分散した強化エラストマー組成物が容易に得られるからである

【0024】上記各第1,第2,及び第3工程は工程毎に分離して説明したが,(a)成分,(b)成分,及び(c)成分を供給できる第1供給口,第2供給口及び第3供給口を有し,且つ各供給口に対応する第1混練帯,第2混練帯及び第3混練帯を有する二軸混練機を用いて一括して連続的なプロセスで処理することも可能である。そうすることにより経済的,安定した,安全な製造方法になる。

【0025】本発明のポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物には、このほかカーボンプラック、ホワイトカーボン、活性炭酸カルシウム、超微粒子珪酸マグネシウム、ハイスチレン樹脂、フェノール樹脂、リグニン、変成メラミン樹脂、クマロンインデン樹脂、石油樹脂などの補助剤、炭酸カルシウム、塩基性炭酸マグネシウム、クレー、亜鉛華、珪草土、再生ゴム、粉末ゴム、エボナイト粉など各種の充填剤、アミン・アルデヒド類、アミン・ケトン類、アミン類、フェノール類、イミダゾール

類, 含硫黄系酸化防止剤, 含燐系酸化防止剤などの安定 剤及び各種顔料を含んでいてもよい。

[0026]

【実施例】以下,実施例及び比較例を示して,本発明についてより具体的に説明するが本発明はこれらの実施例の範囲に限定されるものではない。実施例及び比較例において,ポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物の物性は以下のようにして測定した。

繊維形状:;形態・分散性と平均繊維径: 樹脂組成物をトルエンに溶解して繊維分を取り出し洗浄した後走査型電子顕微鏡で観察し、微細な繊維で分散している場合は分散性良好;○、微細な繊維やフィルム状で凝集して分散不良;×、で評価した。分散性良好な場合は、分散した微細繊維200本について、上記の走査型電子顕微鏡で繊維径を測定し、その平均を求めて平均繊維径とした。

<u>引張強度・引張弾性率・伸び</u>:; JIS K6760 に準じて温度23℃,引張速度200mm/minで, 引張強度,引張弾性率及び伸びを求めた。

樹脂及びゴムへの分散性評価:;190℃に設定したブラベンダープラストグラフに低密度ポリエチレン35gを投入してポリオレフィンーポリアミド樹脂組成物5gを加えて5分間混練した。混練物を取り出して肉眼で見ると共に走査型電子顕微鏡で観察して分散性を評価した。分散性良好;○、繊維やフィルム状のものが凝集した分散状態;×で評価した。

【0027】 (実施例1) (a) 成分として低密度ポリエチレン (宇部興産社製, F522, 融点110℃, MFR=5.0 (g/10min)] 100重量部に

(c) 成分として γ -メタクリロキシプロピルトリメト キシシラン1.0重量部と酸化防止剤のイルガノックス 1010を0.5重量部及び過酸化物としてジーα-ク ミルパーオキサイド(濃度40%)を0.5重量部を混 合して170℃に加熱した450の二軸押出機に投入し 混練してペレット化した。シラン変性ポリエチレンを得 た。得られたシラン変性ポリエチレン50重量部とナイ ロン6 (宇部興産社製, 1030B, 融点215~22 5℃) 50重量部と更にイルガノックス1010を0. 5重量部を235℃に設定した3mm

のダイスを付け た二軸押出機に投入して混練、ダイスよりストランド状 に押し出し、空気で冷却して引き取りロールでドラフト 比7で引取り5インチロール間で室温で1.5倍延伸し てペレタイズした。ペレット化した形状は径1mm,長 さ3mmであった。得られたペレットを熱トルエンでポ リエチレンを溶出した。不溶分は攪拌羽根にまとわりつ かず、懸濁液は均一であった。不溶分はを走査型電子顕 微鏡で観察すると径が0.3 μmの微細な繊維状であっ た。又、ペレットを150℃に加熱したブラベンダープ ラストグラフで5分混練し2mmの厚さに120℃でプ レスした。引張試験を行った。結果を表1に示した。

【0028】〔比較例1〕 γ - メタクリロキシプロピルトリメトキシシランとジー α - ジクミルパーオキサイドを加えなかった他は実施例1 と同様にして低密度ポリエチレン,ナイロン6 を混練して押し出しストランドは吐出変動をおこしてドラフトを調整してどうにか巻き取ることができペレット化した。このペレットについて,それぞれの物性を測定した。熱トルエン不溶分はフィルム状(厚さ $10\sim30\mu$ m)やペレット状であった。ブラペンダープラストグラフで同様に処理した。結果を表1

に示した。

【0029】 〔実施例2~5〕 低密度ポリエチレンとナイロン6を表1のように配合して実施例1と同様に処理してそれぞれペレット化した。結果を表1に示した。

【0030】 [比較例 $2\sim3$] 低密度ポリエチレンとナイロン6 を表1 のように配合して実施例1 と同様に処理してそれぞれペレット化した。結果を表1 に示した。

[0031]

【表1】

		実	色例				比種	例	
成 :	分(重量部)	1	2	3	4	5	1	2	. 3
(a)	LDPE	5 0	8 0	7 0	6 0	5 5	9 5	3 5	3 5
(b)	NA 6	5 0	2 0	3 0	4 0	4 5	5	6 5	8 5
(c)	カップリング剤	0.5	0.8	0.7	0.6	0. 55	0	0.9	0. 35
	ドラフト率	7	1 0	1 0	1 0	1 0	1 0	1 0	0~20
繊	糸切れ	なし	なし	なし	なし	なし	なし	なし	切れ
i	繊維の性状*	微細	微細	微細	微細	微細	フィルム	、微細	フィルム
維	繊維径 μm	0. 3	0.3	0.3	0.3	0.3	10~3	0 0.3	0.6~1
引張	強度 kg/cm²	250	300	290	270	250	100	310	200
	伸び %	500	520	510	500	500	300	520	150
特性	弹性率 kg/cm²	1,000	890	930	940 1	. 050	12,000	810	1, 410

LDPE:字部興産製、低密度、F522, MFI=5, 融点=106℃

PA6 : 宇部興産製 1030B, 融点=215~225℃

カップリング剤: 信越シリコーン製 KBM503, γーメタロキシプロピル

トリメトキシシラン

繊維の性状*:微細:微細な短繊維を意味。

【0032】〔実施例 $6\sim9$ 〕ドラフト比を表2のように変えた以外は実施例1と同様に行った。結果を表2に示した。

[比較例4~5]

【0033】ドラフト比を表2のように変えた以外は実施例1と同様に行った。結果を表2に示した。

[0034]

【表2】

実施例						比較例							
成	分 (重量部)		6		7		8		9		4		5
(a)	LDPE	Ę	5 0	5	0	5	0	5	0	5	0	5	0
(b)	PA6	Ę	5 0	5	0	5	0	5	0	5	0	5	0
(c)	カップリング剤	0.	5	0.	5	0.	5	0.	5	0.	5	0	. 5
	ドラフト率		5	1	5	3	3 0	5	0		0	1 0	0
繊	糸切れ	+	まし	t	i L	Ť,	il	1	じ	t	にし	切れ	頻繁
	繊維の性状	â	数細	微	細	ð	細	鑽	細	贫	細	微	(HI
維	繊維径 µm	0.	5	0.	3	0.	2	0.	2	1 ~	-2	0.	3~1
ゴ.	ム(NBR) への分散(生	0		0		0		0		0		×
樹	皆(PE) への分散	生	0		0		0		0		0		×

【0035】〔実施例10~16〕ポリオレフィンとナイロンの種類を変えた以外は実施例1と同様に行った。 結果を表3に示した。実施例及び比較例で使用した樹脂 グレードを表4にまとめて示した。 【0036】

【表3】

		実施例						
戓	分(重量部)	1 0	1 1	1 2	1 3	1 4	1 5	16
(a)	LDPE				5 0			
	HDPE					5 0		
	EVA						5 0	
	EEA					•		5 0
	PP, homo	5 0						
	PP.block		5 0			-		
	PP, random			5 0				
(b)	PA6		5 0	5 0	•		5 0	
	PA 6 6	5 0			5 0	5 0		
	PA12							5 0
(c)	カップ	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0. 5	0.5
	リング斉	1						
繊	繊維の性状	微細	微細、	微細	微細	微細	微細	微細
維	繊維径 μ m	0; 3	0. 4	0. 3	0. 3	0. 2	0.4	0. 6
- 5 5	長 強度kg/cm	² 2 7 0	2 4 0	2 1 0	260	280	260	3 1 0
特	生 伸び 96	480	470	500	490	5 1 0	5 1 0	4 3 0

[0037]

【表4】

樹脂	メイカー	グレード	MF 1	(g/10分)	融点 (℃)
LDPE	UBE	F 2 2 2		2	1 0 7
HDPE	N C	3070		7. 5	125~135
EVA	UBE	V 2 0 6		2	1 0 1
EEA -	NPO	A 1 6 0 0		6	104~110
PP	GRP	J105W,	homo	9	1 6.5~1 7 0
PP	GRP	J704W,	block	5 .	160~165
PP	GRP	J215W.	random	9	1 6 0 ~ . 1 6 5
PA6	UBE	1030B			2 1 5~2 2 5
PA 6 6	UBE	2026B			255~265
PA12	UBE	3035U			176~180

UBE;宇部興産(株) NC;日産化学(株)

NPO: 日本ポリオレフィン(株) GRP: グランドポリマー(株)

[0038]

【発明の効果】本発明のポリオレフィンーポリアミド樹 脂組成物はポリオレフィンマトリックス中に平均繊維径 が $0.2 \sim 0.6 \mu$ mの微細なポリアミド繊維が均一に 分散していると共に、ポリオレフィンと繊維が界面で結

合している。ペレット状態で得られるので樹脂やゴムに、 混練した場合には分散性が容易で補強性を有する。従っ て, 本発明の組成物は取扱が容易なポリオレフィンーポ リアミド樹脂組成物を提供できる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6

識別記号

FΙ

C 0 8 K 7/02

C 0 8 K 7/02

C 0 8 L 77/00

C08L 77/00

(72) 発明者 中山 喜美男

千葉県市原市五井南海岸8番の1 宇部興

産株式会社高分子研究所